

## Pupuk organik padat

© BSN 2018

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta

## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
Pupuk organik padat.....	1
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Pengambilan contoh .....	2
6 Cara uji .....	2
7 Syarat lulus uji .....	19
8 Syarat penandaan .....	19
9 Pengemasan.....	19
Bibliografi .....	20

## **Prakata**

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7763:2018 dengan judul *Pupuk organik padat* merupakan SNI baru. Standar ini disusun dengan tujuan:

1. Perlindungan konsumen dan produsen pupuk organik padat
2. Mendukung pengembangan industri agrokimia
3. Menyesuaikan standar baku internasional
4. Menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri agar sesuai syarat mutu

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 65-06 Produk Agrokimia dan telah dibahas dalam rapat teknis dan disepakati pada rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 31 Agustus 2018 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, pemerintah, pakar dan instansi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 25 September 2018 sampai dengan 24 November 2018 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.



## Pupuk organik padat

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji pupuk organik padat yang digunakan untuk pertanian umum.

### 2 Acuan normatif

Berikut ini daftar referensi yang diperlukan dalam penyusunan standar ini. Untuk referensi yang tak bertanggung, digunakan edisi terakhir dari referensi yang disebut (termasuk jika ada amandemennya).

SNI 0428, Petunjuk pengambilan contoh padatan.

### 3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

#### 3.1

##### pupuk organik padat

pupuk berbentuk padat berasal dari sisa tumbuhan, tumbuhan mati, kotoran hewan, dan/atau bagian hewan dan/atau limbah organik lainnya yang telah melalui proses rekayasa yang dapat diperkaya dengan bahan mineral dan/atau mikroba yang bermanfaat untuk meningkatkan kandungan hara serta memperbaiki sifat fisik dan/atau kimia dan/atau biologi tanah

#### 3.2

##### bahan ikutan

bahan-bahan yang terbawa di dalam pupuk organik padat yang bukan penyusun pupuk organik seperti beling/pecahan kaca, plastik, kerikil, dan/atau logam

### 4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk organik padat seperti pada Tabel 1 dibawah ini.

**Tabel 1 - Syarat mutu pupuk organik padat**

No.	Parameter	Satuan	Persyaratan
1.	C-organik	%	Min. 15
2.	C/N	-	Maks. 25
3.	Bahan ikutan (beling/pecahan kaca, plastik, kerikil, dan logam)	%	Maks. 2
4.	Kadar air	%	8 - 25
5.	pH	-	4 - 9
6.	Hara makro (N+P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> +K <sub>2</sub> O)	%	Min. 2
7.	Logam berat		
	Hg	mg/kg	Maks. 1
	Pb	mg/kg	Maks. 50

Tabel 1 - Syarat mutu pupuk organik padat (lanjutan)

No.	Parameter	Satuan	Persyaratan
7.	Cd	mg/kg	Maks. 2
	As	mg/kg	Maks. 10
	Cr	mg/kg	Maks. 180
	Ni	mg/kg	Maks. 50
8.	Hara mikro		
	Fe total	mg/kg	Maks. 15.000
	Fe Tersedia	mg/kg	Maks. 500
	Zn total	mg/kg	Maks. 5.000
9.	Ukuran butir (2 – 4,75) mm*	%	Min. 75
10.	Cemaran mikroba :		
	<i>E - coli</i>	MPN/g	<10 <sup>2</sup>
	<i>Salmonella sp</i>	MPN/g	<10 <sup>2</sup>
<b>CATATAN</b> Semua persyaratan kecuali kadar air, bahan ikutan, ukuran butir dan cemaran mikroba dihitung atas dasar berat kering (adbk). *Untuk pupuk organik granul			

## 5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

## 6 Cara uji

### 6.1 Bahan ikutan

#### 6.1.1 Prinsip

Contoh pupuk organik diaduk hingga homogen dan diambil secara kuartering. Bahan yang merupakan bahan ikutan dipisahkan dan ditimbang.

#### 6.1.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Gelas piala, kapasitas 500 ml.

#### 6.1.3 Cara kerja

- Timbang teliti (200 – 350) g contoh kemudian masukkan ke dalam gelas piala.
- Pisahkan bahan yang merupakan bahan ikutan, masukkan ke dalam gelas piala lain yang telah diketahui bobotnya.
- Timbang gelas piala yang berisi bahan ikutan.

#### 6.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar bahan ikutan (\%)} = \frac{W_2}{W_1} \times 100 \%$$



**Keterangan:**

$w_1$  adalah bobot contoh, g;

$w_2$  adalah bobot bahan ikutan, g.

**6.2 Penyiapan contoh uji**

Contoh yang digunakan untuk analisis adalah contoh yang sudah dipisahkan dari bahan ikutan. Siapkan wadah plastik yang telah diberi kode pengirim dan nomor laboratorium yang sesuai dengan contoh asalnya, masukkan contoh pupuk halus ( $\leq 0,5$  mm) ke dalam wadah plastik ini dan tutup rapat untuk analisis selanjutnya.

**6.3 Kadar air****6.3.1 Prinsip**

Air dalam contoh pupuk organik diuapkan dengan cara pengeringan oven pada suhu 105 °C selama 16 jam.

**6.3.2 Peralatan**

- a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) Oven listrik;
- c) Desikator;
- d) Cawan porselin.

**6.3.3 Cara kerja**

- a) Timbang (10 – 12) g contoh dengan teliti, masukkan ke dalam cawan porselin bertutup yang sudah diketahui bobotnya.
- b) Masukkan ke dalam oven dan dikeringkan selama 16 jam pada suhu 105 °C.
- c) Dinginkan dalam desikator dan timbang.
- d) Simpan contoh ini untuk penetapan C-organik (dengan cara pengabuan).

**6.3.4 Perhitungan**

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100 \%$$

**Keterangan:**

$w_1$  adalah bobot contoh, g;

$w_2$  adalah bobot contoh setelah dikeringkan, g.

**6.4 pH****6.4.1 Prinsip**

Nilai pH menunjukkan konsentrasi ion  $H^+$  dalam larutan, yang dinyatakan sebagai  $-\log[H^+]$ . Contoh yang telah dikocok dengan air (perbandingan 1: 4), diukur dengan pH meter.

#### **6.4.2 Peralatan**

- a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) pH meter;
- c) Botol kocok 100 ml;
- d) Gelas ukur, kapasitas 50 ml;
- e) Mesin kocok (*shaker*);
- f) Labu semprot, kapasitas 500 ml.

#### **6.4.3 Pereaksi**

- a) Air suling atau air bebas ion;
- b) Larutan buffer pH 4,0 dan pH 7,0.

#### **6.4.4 Cara kerja**

- a) Timbang teliti 5,00 g contoh yang telah dihaluskan ( $\leq 0,5$  mm), masukan ke dalam botol kocok dan tambahkan 20 ml air bebas ion.
- b) Kocok dengan *shaker* selama 30 menit.
- c) Ukur suspensi contoh dengan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan buffer pH 7,0 dan 4,0.

### **6.5 C-organik**

#### **6.5.1 Prinsip**

C-organik ditetapkan dengan cara pengabuan pada suhu (550 – 600) °C, sehingga bahan organik menjadi CO<sub>2</sub> dan logam menjadi oksida logamnya. Bobot bahan yang hilang merupakan bahan organik yang dapat dikonversi menjadi kadar C-organik setelah dikalikan faktor 0,58.

#### **6.5.2 Peralatan**

- a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) Tanur;
- c) Cawan porselen;
- d) Desikator.

#### **6.5.3 Cara kerja**

- a) Masukkan contoh setelah penetapan kadar air ke dalam tanur.
- b) Abukan mula-mula pada suhu 300 °C selama 1,5 jam dan selanjutnya pada suhu (550 – 600) °C selama 2,5 jam atau lebih.
- c) Matikan tanur dan biarkan hingga dingin.
- d) Dinginkan contoh dalam desikator kemudian timbang.

#### **6.5.4 Perhitungan**

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{W_2}{W_1} \times 100 \%$$

$$\text{Kadar bahan organik (\%)} = 100 \% - (\% \text{ kadar air} + \% \text{ kadar abu})$$

$$\text{Kadar C-organik (\%)} = \% \text{ kadar bahan organik} \times 0,58 \times f_k$$



**Keterangan:**

- $w_2$  adalah berat abu, g;  
 $w_1$  adalah berat contoh, g;  
 0,58 adalah faktor konversi bahan organik ke C-organik;  
 $f_k$  adalah faktor koreksi kadar air.

**6.6 C/N****6.6.1 Nitrogen total****6.6.1.1 Prinsip**

Nitrogen (N-organik dan N-amonium) dalam contoh dihidrolisis dengan asam sulfat membentuk senyawa amonium sulfat  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Nitrat dengan asam salisilat membentuk nitrosalisilat, kemudian direduksi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa amonium. Senyawa amonium dalam suasana alkali disuling, kemudian ditampung dalam asam borat, dan dititar dengan larutan asam sulfat sampai warna hijau berubah menjadi merah jambu.

**6.6.1.2 Peralatan**

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Digestion apparatus* (pemanas listrik / *block digester*);
- Unit destilator;
- labu Kjeldahl;
- Titration* / buret;
- Dispenser*;
- Erlenmeyer, kapasitas 100 ml atau 200 ml;
- Pipet volumetrik, kapasitas 25 ml;
- Labu ukur.

**6.6.1.3 Pereaksi**

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. (95 – 98) %;
- Larutan asam sulfat-salisilat  
Larutkan 25 g asam salisilat hingga 1 l dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. (95 – 98) %;
- Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ );
- Larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N  
Pipet 25 ml larutan standar  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 N dalam labu ukur 500 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas ion;
- Asam borat 1 %  
Timbang 10 g asam borat dalam 1.000 ml air bebas ion;
- Indikator Conway  
Timbang 0,15 g *bromo cresol green* + 0,1 g *methyl red* dalam 100 ml etanol 96 %;
- NaOH 40 %  
Timbang 40 g NaOH dalam labu ukur 100 ml, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas ion.

**6.6.1.4 Cara kerja**

- Timbang teliti 0,5 g contoh yang telah dihaluskan ( $\leq 0,5$  mm), masukkan ke dalam labu Kjeldahl.
- Tambahkan 10 ml larutan asam sulfat-salisilat, goyang hingga merata dan biarkan semalaman.



- c) Tambahkan 4 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  kemudian panaskan pada suhu rendah hingga gelembung habis. Naikkan suhu secara bertahap sampai dengan 300 °C (sekitar 2 jam sampai 3 jam) dan biarkan dingin.
- d) Suling setelah penambahan 10 ml larutan NaOH 40 % dengan penampung hasil sulingan 20 ml larutan asam borat 1 % yang ditambah 3 tetes indikator Conway.
- e) Hentikan penyulingan bila hasil sulingan mencapai 100 ml.
- f) Titar dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N sampai titik akhir titrasi tercapai (warna hijau berubah menjadi merah jambu) dan catat volume akhir titrasi (V1);
- g) Lakukan pengerjaan larutan blanko (V2).

**CATATAN 1** Penyulingan dapat menggunakan alat unit destilasi digital.

**CATATAN 2** Pengukuran ekstrak dapat juga menggunakan alat CFA (Continuous Flow Analyzer)

#### 6.6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Nitrogen (\%)} = \frac{(V1-V2) \times N \times 14,008}{W} \times 100 \% \times \text{fk}$$

**Keterangan:**

- V1 adalah volume larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan untuk titrasi sampel, ml;
- V2 adalah volume larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan untuk titrasi blanko, ml;
- N adalah normalitas larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;
- 14,008 adalah bobot atom nitrogen;
- fk adalah faktor koreksi kadar air;
- W adalah berat contoh, mg.

#### 6.6.2 Perhitungan C/N

$$\text{C/N} = \frac{\% \text{ C-Organik}}{\% \text{ Nitrogen}}$$

### 6.7 Hara makro ( $\text{P}_2\text{O}_5$ dan $\text{K}_2\text{O}$ )

#### 6.7.1 Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur P dan K.

#### 6.7.2 Peralatan

- a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) Labu *digestion*;
- c) *Block digester*;
- d) *Microwave digester*;
- e) Labu ukur 50 ml atau 100 ml;
- f) Kertas saring;
- g) Tabung kimia volume 20 ml;
- h) *Vortex mixer*;
- i) Dispenser skala 0 ml – 10 ml / pipet volume 1 ml dan 10 ml;
- j) Spektrofotometer *visible*;
- k) Spektrometer serapan atom (SSA) atau flamefotometer;
- l) Lampu katoda K.



### 6.7.3 Pereaksi

- a) Air suling atau air bebas ion;
- b)  $\text{HNO}_3$  p.a. 65 %;
- c)  $\text{HClO}_4$  p.a. 70 %;
- d) Larutan standar 0  
Pipet 20 ml  $\text{HClO}_4$  p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml;
- e) Larutan standar induk 2.000 mg/l P dalam  $\text{H}_2\text{O}$   
Timbang 8,7742 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (yang telah dikeringkan pada 130 °C selama 2 jam), masukan ke dalam labu ukur 1 l, tepatkan hingga tanda tera dengan air bebas ion; atau larutan standar induk yang sudah diketahui kemurniannya.
- f) Larutan standar 500 mg/l P, dalam air bebas ion  
Pipet 25 ml larutan standar induk 2.000 mg/l P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 2 ml  $\text{HClO}_4$  p.a. dan air bebas ion hingga 100 ml;
- g) Larutan standar induk 1.000 mg/l K dalam air bebas ion;
- h) Larutan standar 100 mg/l K, dalam air bebas ion  
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 2 ml  $\text{HClO}_4$  p.a. dan air bebas ion hingga 100 ml;
- i) Larutan standar kerja 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l P  
Pipet masing-masing 0; 0,4; 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0 ml larutan standar 500 mg/l P ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan larutan standar 0 hingga masing-masing menjadi 100 ml, kocok;
- j) Larutan standar kerja 0 mg/l; 0,5 mg/l; 1 mg/l; 2 mg/l; 3 mg/l; 4 mg/l; dan 5 mg/l K  
Pipet masing-masing 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 ml larutan standar 100 mg/l K ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan masing-masing 10 ml larutan  $\text{LaCl}_3$  lalu ditepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0, kocok;
- k) Pereaksi fosfat molibdat pekat  
12 g amonium heptamolibdat + 0,275 g kalium antimoniltartrat + 140 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dalam 1.000 ml air bebas ion;
- l) Pereaksi fosfat molibdat encer  
(dibuat ketika akan digunakan, tidak dapat disimpan); 0,53 g asam askorbat + 50 ml pereaksi fosfat molibdat pekat dijadikan 500 ml dengan air bebas ion;
- m) Larutan  $\text{LaCl}_3$  25.000 mg/l  
67 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 15 ml HCl 25% dalam 1.000 ml air bebas ion.

### 6.7.4 Cara kerja

#### 6.7.4.1 Ekstraksi

##### 6.7.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester* / sistem destruksi terbuka

- a) Timbang teliti (0,5 – 1,0) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*.
- b) Tambahkan (5 – 10) ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan (1 – 2) ml  $\text{HClO}_4$  p.a., kocok dan biarkan semalam.
- c) Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml.
- d) Dinginkan dan encerkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  dan volume ditepatkan menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.



#### 6.7.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester* / sistem destruksi tertutup

- Timbang teliti 1,0 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*.
- Tambahkan 10 ml HNO<sub>3</sub> p.a., *predigest* pada suhu ruangan.
- Tutup *vessel* dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh / *vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit.
- Panaskan pada *microwave digester* pada suhu 200 °C selama 20 menit.
- Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

#### 6.7.4.2 Pengukuran

##### 6.7.4.2.1 Pengukuran P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

- Pipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia volume 20 ml, begitupun masing-masing deret standar kerja P.
- Tambahkan masing-masing 9 ml pereaksi fosfat molibdat encer ke dalam setiap contoh dan deret standar kerja, kocok dengan *vortex mixer* sampai homogen.
- Diamkan (15 – 25) menit, lalu diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 889 nm ( $\lambda$  maksimum disesuaikan kondisi alat) dan dicatat nilai absorbansinya.

##### 6.7.4.2.2 Pengukuran K<sub>2</sub>O

- Pipet 1 ml ekstrak ke dalam tabung kimia volume 20 ml.
- Tambahkan masing-masing 1 ml larutan LaCl<sub>3</sub> dan encerkan sampai 10 ml menggunakan larutan standar 0, kocok dengan *vortex mixer* sampai homogen.
- Ukur absorbansi larutan dengan alat SSA atau flamefotometer pada panjang gelombang 766,5 nm.

#### 6.7.5 Perhitungan

$$\text{Kadar P}_2\text{O}_5 (\%) = C \times \frac{V}{1000} \times \frac{100}{W} \times \frac{142}{62} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

$$\text{Kadar K}_2\text{O} (\%) = C \times \frac{V}{1000} \times \frac{100}{W} \times \frac{94}{78} \times \text{fp} \times \text{fk}$$

##### Keterangan :

C	adalah kadar contoh yang didapat dari kurva regresi hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikurangi blanko, mg/l;
V	adalah volume ekstrak, ml;
W	adalah bobot contoh, mg;
fp	adalah faktor pengenceran (bila ada);
fk	adalah faktor koreksi kadar air;
100	adalah faktor konversi ke %;
142/62	adalah faktor konversi bentuk P menjadi P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ;
94/78	adalah: faktor konversi bentuk K menjadi K <sub>2</sub> O.

#### 6.8 Logam berat (Hg, Pb, Cd, As, Cr dan Ni)

##### 6.8.1 Raksa (Hg)



### 6.8.1.1 Prinsip

Raksa dioksidasi dengan  $\text{HNO}_3$  menjadi ion raksa, kemudian direduksi dengan hidroksilamin hidroklorida menjadi logam raksa dilanjutkan dengan analisis menggunakan spektrometer serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

### 6.8.1.2 Peralatan

- Spektrometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang (190 – 870) nm dan lebar celah (0,2 – 0,7) nm;
- Lampu katoda Hg;
- Mercury vapour unit* (MVU);
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Labu destruksi yang dihubungkan dengan pendingin refluks.

### 6.8.1.3 Pereaksi

- Air suling bebas Hg;
- $\text{HNO}_3$  p.a. 65 %;
- Larutan kalium permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) 0,5 %;
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. (95 – 98) %;
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat  
larutkan 120 g NaCl dan 120 g  $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$  dalam 1 l  $\text{H}_2\text{O}$ ;
- Larutan  $\text{SnCl}_2$  0,1 % dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  encer  
Sebanyak 1 g  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  hingga sekitar 500 ml di dalam labu ukur 1 l. Ditambahkan perlahan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. sambil labu digoyangkan dan dijadikan 1 l dengan  $\text{H}_2\text{O}$ ;
- Larutan pengencer  $\text{HNO}_3$  1N;
- Larutan standar induk Hg 1.000 mg/l;
- Larutan standar Hg 100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk Hg 1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N);
- Larutan standar Hg 10 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar 100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N);
- Larutan standar Hg 1 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar 10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N);
- Larutan standar kerja Hg (0; 10; 20; 40; 60; 80; 100)  $\mu\text{g/l}$   
Pipet (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar Hg 1 mg/l ke dalam labu 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

### 6.8.1.4 Cara kerja

#### 6.8.1.4.1 Ekstraksi

- Timbang teliti (2 – 5) g contoh, masukkan ke dalam labu destruksi tutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.
- Bila perlu basahi contoh dengan  $\pm 5$  ml air suling dan tambahkan beberapa butir batu didih.
- Tambahkan (10 – 20) ml  $\text{HNO}_3$  p.a. dan 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a.
- Hubungkan dengan pendingin refluks. Direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam.
- Panaskan selama kurang lebih satu jam.



- f) Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 ml larutan  $\text{KMnO}_4$  0,5 % dan didihkan. Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi larutan  $\text{KMnO}_4$  hingga warna ungu stabil minimal 10 menit.
- g) Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml sambil membilas labu refluks.
- h) Tepatkan hingga tanda tera dengan air suling dan bila perlu disaring.

#### **6.8.1.4.2 Pengukuran**

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan kondisi alat.
- b) Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidrosilamin hidroklorida hingga warna ungu  $\text{KMnO}_4$  tidak muncul lagi (tepat hilang).
- c) Segera tambahkan 10 ml larutan  $\text{SnCl}_2$  0,1 % dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA.
- d) Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan alat SSA.

#### **6.8.1.5 Perhitungan**

$$\text{Kadar Hg (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times \frac{1}{1000} \times fp \times fk$$

**Keterangan :**

- C adalah konsentrasi Hg larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar,  $\mu\text{g/l}$ ;
- V adalah volume ekstrak, ml;
- W adalah bobot contoh, g;
- fp adalah faktor pengenceran (bila ada);
- fk adalah faktor koreksi kadar air;
- $\frac{1}{1000}$  adalah faktor konversi dari  $\mu\text{g}$  ke mg.

### **6.8.2 Timbal (Pb), Kadmium (Cd), Arsen (As), Krom (Cr), dan Nikel (Ni)**

#### **6.8.2.1 Prinsip**

Contoh dioksidasi basah dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Pb, Cd, As, Cr, dan Ni dengan spektrometer serapan atom (SSA).

#### **6.8.2.2 Peralatan**

- a) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) Labu *digestion*;
- c) *Block digester*;
- d) *Microwave digester*;
- e) Labu ukur 50 ml atau 100 ml;
- f) Kertas saring;
- g) Dispenser skala 0 ml – 10 ml / pipet volume 1 ml, 5 ml dan 10 ml;
- h) Pipet volume 25 ml;
- i) Spektrometer serapan atom (SSA);
- j) Lampu katoda Pb, Cd, As, Cr, dan Ni;
- k) *Hydride vapour generator (HVG) / hydride vapour unit (HVG) / Graphite Furnace AAS.*

#### **6.8.2.3 Pereaksi**

- a) Air suling atau air bebas ion;
- b)  $\text{HNO}_3$  p.a. 65 %;
- c)  $\text{HClO}_4$  p.a. 70 %;



- d) Larutan standar 0  
Pipet 20 ml  $\text{HClO}_4$  p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml;
- e) Larutan  $\text{NaBH}_4$   
Larutkan 3 g  $\text{NaBH}_4$  dan 3 g  $\text{NaOH}$  dalam 500 ml air suling;
- f) Larutan  $\text{HCl}$  8 M  
Encerkan 66 ml  $\text{HCl}$  p.a. 37% hingga 100 ml dengan air suling;
- g) Larutan  $\text{KI}$  20%  
Timbang 20 g  $\text{KI}$  ke dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling hingga tanda tera (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- h) Larutan standar induk  $\text{Pb}$  1.000 mg/l;
- i) Larutan standar induk  $\text{Cd}$  1.000 mg/l;
- j) Larutan standar induk  $\text{As}$  1.000 mg/l;
- k) Larutan standar induk  $\text{Cr}$  1.000 mg/l;
- l) Larutan standar induk  $\text{Ni}$  1.000 mg/l;
- m) Larutan standar  $\text{Pb}$  100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk  $\text{Pb}$  1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- n) Larutan standar  $\text{Cd}$  100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk  $\text{Cd}$  1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- o) Larutan standar  $\text{As}$  100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk  $\text{As}$  1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- p) Larutan standar  $\text{Cr}$  100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk  $\text{Cr}$  1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- q) Larutan standar  $\text{Ni}$  100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk  $\text{Ni}$  1.000 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- r) Larutan standar  $\text{Cd}$  10 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar  $\text{Cd}$  100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- s) Larutan standar  $\text{As}$  10 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar  $\text{As}$  100 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- t) Larutan standar  $\text{As}$  1 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar  $\text{As}$  10 mg/l ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- u) Larutan standar kerja  $\text{Pb}$ : 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l  
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 100 mg/l  $\text{Pb}$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- v) Larutan standar kerja  $\text{Cd}$ : 0 mg/l; 0,2 mg/l; 0,4 mg/l; 0,8 mg/l; 1,2 mg/l; 1,6 mg/l; dan 2 mg/l  
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 10 mg/l  $\text{Cd}$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- w) Larutan standar kerja  $\text{As}$ : 0  $\mu\text{g/l}$ ; 10  $\mu\text{g/l}$ ; 20  $\mu\text{g/l}$ ; 40  $\mu\text{g/l}$ ; 60  $\mu\text{g/l}$ ; 80  $\mu\text{g/l}$ ; dan 100  $\mu\text{g/l}$   
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 1 mg/l  $\text{As}$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- x) Larutan standar kerja  $\text{Cr}$ : 0 mg/l; 2 mg/l; 4 mg/l; 8 mg/l; 12 mg/l; 16 mg/l; dan 20 mg/l  
Pipet masing-masing (0; 2; 4; 8; 12; 16; 20) ml larutan standar 100 mg/l  $\text{Cr}$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- y) Larutan standar kerja  $\text{Ni}$  (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l  
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 100 mg/l  $\text{Ni}$  ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0.



#### **6.8.2.4 Cara kerja**

##### **6.8.2.4.1 Ekstraksi**

###### **6.8.2.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester* / sistem destruksi terbuka**

- Timbang teliti (0,5 – 1,0) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*.
- Tambahkan (5 – 10) ml HNO<sub>3</sub> p.a. dan (1 – 2) ml HClO<sub>4</sub> p.a., kocok dan biarkan semalam.
- Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100 °C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml.
- Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

###### **6.8.2.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester* / sistem destruksi tertutup**

- Timbang teliti 1,0 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*.
- Tambahkan 10 ml HNO<sub>3</sub> p.a., *predigest* pada suhu ruangan.
- Tutup *vessel* dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh / *vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit.
- Panaskan pada *microwave digester* pada suhu 200 °C selama 20 menit.
- Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

##### **6.8.2.4.2 Pengukuran**

###### **6.8.2.4.2.1 Pengukuran Pb, Cd, Cr dan Ni**

Ukur ekstrak contoh jernih dan larutan standar kerja dengan SSA dan catat nilai absorbansinya.

###### **6.8.2.4.2.2 Pengukuran As**

- Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat.
- Siapkan larutan NaBH<sub>4</sub> dan HCl 8 M dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat.
- Pipet 25 ml ekstrak contoh dan larutan standar kerja, tambahkan 2 ml HCl 8 M dan 0,1 ml KI 20 %, kemudian biarkan minimal 2 menit.
- Nyalakan *burner* serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh.
- Ukur absorbansi larutan standar kerja dan contoh.

##### **6.8.2.5 Perhitungan**

$$\text{Kadar Pb, Cd, Cr, Ni (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times fp \times fk$$

$$\text{Kadar As (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times \frac{1}{1.000} \times fp \times fk$$

**Keterangan:**



- C adalah konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, (mg/l untuk Pb, Cd, Cr dan Ni; atau µg/l untuk As);
- V adalah volume ekstrak, ml;
- W adalah bobot contoh, g;
- fp adalah faktor pengenceran (bila ada);
- fk adalah faktor koreksi kadar air;
- $\frac{1}{1000}$  adalah faktor konversi dari µg ke mg.

## 6.9 Hara mikro (Fe total, Fe tersedia dan Zn total)

### 6.9.1 Fe total dan Zn total

#### 6.9.1.1 Prinsip

Contoh dioksidasi basah dengan HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub>. Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Zn dan Fe dengan spektrometer serapan atom (SSA).

#### 6.9.1.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Labu *digestion*;
- Block digester*;
- Microwave digester*;
- Labu ukur 50 ml atau 100 ml;
- Kertas saring;
- Dispenser skala 0 – 10 ml / pipet volume 1 ml dan 10 ml;
- Spektrometer serapan atom (SSA);
- Lampu katoda Fe;
- Lampu katoda Zn.

#### 6.9.1.3 Pereaksi

- Air suling atau air bebas ion;
- HNO<sub>3</sub> p.a. 65 %;
- HClO<sub>4</sub> p.a. 70 %;
- Larutan standar 0  
Pipet 20 ml HClO<sub>4</sub> p.a. ke dalam labu ukur 1.000 ml yang telah berisi air bebas ion kira-kira setengahnya, goyangkan dan tambahkan lagi air bebas ion hingga tepat 1.000 ml;
- Larutan standar induk 1.000 mg/l Fe;
- Larutan standar induk 1.000 mg/l Zn;
- Larutan standar 100 mg/l Fe  
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- Larutan standar 100 mg/l Zn  
Pipet 10 ml larutan standar induk 1.000 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;
- Larutan standar 10 mg/l Zn  
Pipet 10 ml larutan standar induk 100 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan standar 0;



- j) Larutan standar kerja (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l Fe  
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar 100 mg/l Fe ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0;
- k) Larutan standar kerja (0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5) mg/l Zn  
Pipet masing-masing (0; 2,5; 5; 10; 15; 20; 25) ml larutan standar 10 mg/l Zn ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera menggunakan larutan standar 0.

#### **6.9.1.4 Cara kerja**

##### **6.9.1.4.1 Ekstraksi**

###### **6.9.1.4.1.1 Ekstraksi menggunakan *block digester* / sistem destruksi terbuka**

- a) Timbang teliti (0,5 – 1,0) g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam labu *digestion*.
- b) Tambahkan (5 – 10) ml HNO<sub>3</sub> p.a. dan (1 – 2) ml HClO<sub>4</sub> p.a., kocok.
- c) Panaskan pada *block digester* mulai dengan suhu 100°C, setelah uap kuning habis suhu dinaikan hingga 200 °C. Destruksi diakhiri bila sudah keluar uap putih dan cairan dalam labu tersisa sekitar 0,5 ml.
- d) Dinginkan dan encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan menjadi 50 ml atau 100 ml, kocok hingga homogen, biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

###### **6.9.1.4.1.2 Ekstraksi menggunakan *microwave digester* / sistem destruksi tertutup**

- a) Timbang teliti 1,0 g contoh pupuk yang telah dihaluskan, kemudian masukkan ke dalam *digestion vessel*.
- b) Tambahkan 10 ml HNO<sub>3</sub> p.a., *predigest* pada suhu ruangan.
- c) Tutup *vessel* dan tempatkan dalam *microwave*, atur *power* berdasarkan jumlah contoh / *vessel* yang digunakan. Naikkan suhu ke 200 °C dalam waktu 15 menit.
- d) Panaskan pada *microwave digester* pada suhu 200°C selama 20 menit.
- e) Dinginkan *vessel*, pindahkan ekstrak ke labu ukur 100 ml, encerkan dengan H<sub>2</sub>O dan volume ditepatkan hingga tanda tera, kocok hingga homogen. Biarkan semalam atau disaring dengan kertas saring agar didapat ekstrak jernih.

##### **6.9.1.4.2 Pengukuran**

Ukur ekstrak contoh jernih dan larutan standar kerja dengan SSA dan catat nilai absorbansinya.

##### **6.9.1.5 Perhitungan**

$$\text{Kadar Fe, Zn (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times fp \times fk$$

**Keterangan :**

- C adalah konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, (mg/l);
- V adalah volume ekstrak, ml;
- W adalah bobot contoh, g;
- fp adalah faktor pengenceran (bila ada);
- fk adalah faktor koreksi kadar air;



## 6.9.2 Fe tersedia

### 6.9.2.1 Prinsip

Contoh diekstrak dengan senyawa khelat. Ekstrak yang diperoleh digunakan untuk mengukur unsur Fe yang terikat senyawa khelat dengan spektrometer serapan atom (SSA).

### 6.9.2.2 Peralatan

- a) Spektrometer serapan atom (SSA);
- b) Lampu katoda Fe;
- c) Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) Gelas piala 250 ml;
- e) Dispenser / gelas ukur 100 ml;
- f) Mesin pengocok (*shaker*);
- g) Kertas saring.

### 6.9.2.3 Pereaksi

- a) Larutan EDTA 2,5%;
- b) Larutan standar induk Fe 1.000 mg/l;
- c) Larutan standar Fe 100 mg/l  
Pipet 10 ml larutan standar induk Fe 1.000 mg/l, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan EDTA 2,5%;
- d) Larutan standar kerja Fe (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) mg/l  
Pipet masing-masing (0; 1; 2; 4; 6; 8; 10) ml larutan standar Fe 100 mg/l ke dalam labu 100 ml. Tepatkan hingga tanda tera dengan larutan EDTA 2,5%.

### 6.9.2.4 Cara kerja

- a) Timbang teliti 1 g contoh, kemudian masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- b) Tambahkan 100 ml larutan EDTA 2,5%.
- c) Kocok selama 5 menit tepat menggunakan mesin pengocok kemudian saring dengan kertas saring.
- d) Apabila keruh, saring kembali dengan kertas saring.
- e) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan.
- f) Ukur absorbansi larutan standar kerja dan contoh dengan alat SSA.

### 6.9.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe tersedia (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times fp \times fk$$

#### Keterangan :

- C adalah konsentrasi larutan contoh hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar, (mg/l);
- V adalah volume ekstrak, ml;
- W adalah bobot contoh, g;
- fp adalah faktor pengenceran (bila ada);
- fk adalah faktor koreksi kadar air;

## 6.10 Ukuran butir

### 6.10.1 Prinsip



Ukuran butir ditetapkan dengan cara penimbangan contoh yang tidak lolos ayak pada ukuran lubang tertentu.

#### **6.10.2 Peralatan**

- a) Neraca analitik;
- b) Ayakan dengan diameter lubang 2 mm dan 4,75 mm.

#### **6.10.3 Cara kerja**

- a) Timbang teliti (200 – 350) g contoh ( $W_1$ ).
- b) Masukkan ke dalam ayakan tersusun (yang paling atas ayakan dengan diameter lubang 4,75 mm selanjutnya ayakan dengan diameter lubang 2 mm).
- c) Ayak selama 10 menit.
- d) Timbang contoh yang tidak lolos pada ayakan dengan diameter lubang 2 mm ( $W_2$ ).

#### **6.10.4 Perhitungan**

$$\text{Ukuran butir (2 – 4,75) mm (\%)} = \frac{W_2}{W_1} \times 100 \%$$

**Keterangan :**

$w_1$  adalah bobot contoh, g;

$w_2$  adalah bobot contoh yang lolos ayakan 4,75 mm dan tidak lolos 2 mm, g.

### **6.11 Cemaran mikroba *E. coli* dan *Salmonella sp***

#### **6.11.1 *E. coli***

##### **6.11.1.1 Prinsip**

Uji *E. coli* dilakukan dengan metode *Most Probable Number* (MPN) melalui 2 tahap yaitu *presumptive test* pada media Lauryl Sulfat Tryptose Broth (LSTB) menggunakan tabung Durham bila hasil positif menunjukkan keruh dan terbentuk gas dilanjutkan ke tahap *confirmation test* pada media spesifik *E. coli* yaitu Eosin Methylen Blue (EMB) yang ditunjukkan adanya pertumbuhan *E. coli* dengan tanda warna hijau metalik pada koloninya.

##### **6.11.1.2 Peralatan**

- a) Cawan petri steril;
- b) Mikropipet 1 ml;
- c) Mikropipet 200  $\mu$ l;
- d) Mikrotip 1 ml;
- e) Mikrotip 200  $\mu$ l;
- f) Erlenmeyer 250 ml;
- g) Tabung reaksi;
- h) Inkubator;
- i) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- j) Autoklaf;
- k) Pembakar bunsen;
- l) pH meter;
- m) *Laminar air flow*;
- n) *Vortex mixer*;
- o) Tabung Durham.



### 6.11.1.3 Bahan

- a) Pepton buffer 0,1 %;
- b) Media LSTB;
- c) Media EMB agar.

### 6.11.1.4 Cara kerja

- a) Simpan contoh di dalam ruang berpendingin dengan suhu (20 – 25)°C sampai contoh dianalisa maksimal 7 hari setelah contoh diterima.
- b) Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam 45 ml pepton buffer dan homogenisasi.
- c) Buat seri pengenceran 1x, 10x, 100x dengan menggunakan air steril.
- d) Inokulasikan sebanyak 1 ml dari setiap seri pengenceran ke dalam 9 ml media LSTB dalam tabung reaksi dengan tabung Durham, lakukan triplo.
- e) Inkubasi pada suhu (35 – 37)°C selama (24 – 48) jam.
- f) Amati kekeruhan dan pembentukan gas pada tabung tersebut. Apabila LSTB menjadi keruh dan terbentuk gas maka hasilnya positif, demikian halnya apabila media tidak keruh dan tidak terbentuk gas maka hasilnya negatif.
- g) Selanjutnya tabung yang positif diuji lanjut/konfirmasi pada media spesifik agar EMB dengan cara menggoreskan pada media tersebut secara kuadran.
- h) Inkubasi pada suhu (35 – 37)°C selama 24 jam.
- i) Amati pertumbuhan koloni *E. coli* yang berwarna hijau metalik pada media EMB.
- j) Tabung positif yang tidak menghasilkan pertumbuhan kultur *E. coli* pada media EMB maka dinilai sebagai negatif.
- k) Konversikan nilai positif dan negatif tersebut ke dalam angka MPN melalui Tabel MPN.
- l) Lakukan penghitungan nilai MPN/g contoh.

### 6.11.1.5 Perhitungan

- a) Catat jumlah tabung yang memberikan hasil positif dari pengenceran 1x, 10x dan 100x, triplo.
- b) Sebagai contoh dalam Tabel 2.

**Tabel 2 - MPN dengan 3 faktor pengenceran**

Pengenceran 1x			Pengenceran 10x			Pengenceran 100x			Angka positif
I	II	III	I	II	III	I	II	III	
+	+	+	+	+	-	+	-	-	3 2 1

- c) Selanjutnya lihat pada Tabel MPN dengan 3 faktor pengenceran, dimana angka MPN untuk 3 2 1 adalah 15,00.
- d) Selanjutnya angka tersebut dikalikan faktor pengenceran yang di tengah yaitu 10x, sehingga hasilnya adalah  $15,00 \times 10 = 150 = 1,5 \times 10^2$  MPN/g contoh.

## 6.11.2 *Salmonella sp*

### 6.11.2.1 Prinsip

Uji *Salmonella sp* dilakukan dengan metode *Most Probable Number* (MPN) melalui 2 tahap yaitu tahap *presumptive test* menggunakan media cair Tetrathionate Broth (TTB), karena *Salmonella sp* dapat mereduksi TTB dan berkembang di media tersebut. Bila menunjukkan hasil positif pada *presumptive test* maka dilanjutkan pada tahap *confirmation test* dengan menggunakan media yang spesifik untuk *Salmonella sp* yaitu media *Salmonella Shigella* (SS) yang ditandai dengan terbentuknya koloni berwarna hitam.



#### **6.11.2.2 Peralatan**

- a) Cawan petri steril;
- b) Mikropipet 1 ml;
- c) Mikropipet 200  $\mu$ l;
- d) Mikrotip 1 ml;
- e) Mikrotip 200  $\mu$ l;
- f) Erlenmeyer 250 ml;
- g) Tabung reaksi;
- h) Inkubator;
- i) Neraca analitik ketelitian 0,1 mg;
- j) Autoklaf;
- k) Pembakar bunsen;
- l) pH meter;
- m) *Laminar air flow*;
- n) *Vortex mixer*.

#### **6.11.2.3 Bahan**

- a) Media Lactose Broth (LB);
- b) Media TTB;
- c) Media SS agar.

#### **6.11.2.4 Cara kerja**

- a) Simpan contoh di dalam ruang berpendingin dengan suhu (20 – 25) $^{\circ}$ C sampai contoh dianalisa maksimal 7 hari setelah contoh diterima.
- b) Timbang teliti 5 g contoh, masukkan ke dalam 45 ml media LB dan inkubasi pada suhu ruang selama 1 jam.
- c) Atur pH menjadi  $6,8 \pm 0,2$ .
- d) Inkubasi pada suhu (35 – 37) $^{\circ}$ C selama 24 jam.
- e) Pipet 1 ml dan buat seri pengenceran 1x, 10x, 100x pada media TTB, lakukan triplo.
- f) Inkubasi pada suhu (35 – 37) $^{\circ}$ C selama (24  $\pm$  2) jam.
- g) Amati pertumbuhan bakteri yang dilihat dari kekeruhan media TTB.
- h) Apabila TTB menjadi keruh maka hasilnya positif, demikian halnya apabila media TTB tetap bening maka hasilnya negatif.
- i) Selanjutnya tabung yang positif diuji lanjut/konfirmasi pada media spesifik agar SS dengan cara menggoreskan pada media tersebut secara kuadran.
- j) Inkubasi pada suhu (35 – 37) $^{\circ}$ C selama 48 jam.
- k) Amati pertumbuhan koloni *Salmonella sp* yang berwarna hitam pada media tersebut.
- l) Tabung positif yang tidak menghasilkan pertumbuhan kultur *Salmonella sp* maka dinilai sebagai negatif.
- m) Konversikan nilai positif dan negatif tersebut ke dalam angka MPN melalui Tabel MPN.
- n) Lakukan penghitungan nilai MPN/g contoh.

#### **6.11.2.5 Perhitungan**

- a) Catat jumlah tabung yang memberikan hasil positif dari pengenceran 1x, 10x dan 100x, triplo.
- b) Sebagai contoh dalam Tabel 3.

**Tabel 3 - MPN dengan 3 faktor pengenceran**



Pengenceran 1x			Pengenceran 10x			Pengenceran 100x			Angka positif
I	II	III	I	II	III	I	II	III	
+	+	+	+	+	-	+	-	-	3 2 1

- c) Selanjutnya lihat pada Tabel MPN dengan 3 faktor pengenceran, dimana angka MPN untuk 3 2 1 adalah 15,00.
- d) Selanjutnya angka tersebut dikalikan faktor pengenceran yang di tengah yaitu 10x, sehingga hasilnya adalah  $15,00 \times 10 = 150 = 1,5 \times 10^2$  MPN/g contoh.

## 7 Syarat lulus uji

Pupuk organik padat dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu dan metode uji dokumen SNI ini.

## 8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan label, dibuat dalam bahasa Indonesia, sekurang-kurangnya mencantumkan:

- Nama produk/dagang;
- C-organik, C/N, kadar hara makro ( $N+P_2O_5+K_2O$ ), kadar air dan pH;
- Berat bersih;
- Nama dan alamat produsen atau importir.

## 9 Pengemasan

Pupuk organik padat dikemas dalam wadah yang tertutup rapat tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman dalam penyimpanan dan pengangkutan.



**Bibliografi**

- [1] *Peraturan Menteri Pertanian Nomor 70/Permentan/SR.140/10/2011 tentang Pupuk Organik, Pupuk Hayati dan Pembenah Tanah.*
- [2] *Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs, Chapter 2 – Fertilizers.*
- [3] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.3.02 (AOAC 958.01)*
- [4] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.7.08 (AOAC 967.05)*
- [5] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.4.10 (AOAC 892.01)*
- [6] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.7.02 (AOAC 967.02)*
- [7] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.7.03 (AOAC 967.03)*
- [8] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.8.03 (AOAC 994.18)*
- [9] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, (AOAC 999.10 dan AOAC 971.21)*
- [10] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, (AOAC 986.15)*
- [11] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, (AOAC 967.01B(a), AOAC 965.09 dan AOAC 975.02)*
- [12] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.7.04 (AOAC 973.03)*
- [13] *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20<sup>th</sup> Edition, Volume I, 2016, pasal 2.6.01 (AOAC 965.09 Aa) dan pasal 2.6.35 (AOAC 2006.03)*
- [14] *Petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah Tanaman Air dan Pupuk, Edisi 2, 2009, Balai Penelitian Tanah, Balai Besar Sumber Daya Lahan Pertanian, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Departemen Pertanian*
- [15] *Manual for Determining physical properties of fertilizer. IFDC S-107.*
- [16] *P. Nannipieri, Methods in applied soil Biology and Biochemistry, 2003, p 153-158*
- [17] *RM Atlas, Handbook of Microbiological Media, 2000, p 740 ; 1221 ; 1361*
- [18] *Microbiology of food and animal feeding stuffs—horizontal method for the detection of Salmonella (EN ISO 6579:2002). International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland. 2002*



- [19] RM Atlas, Handbook of Microbiological Media, 2000, p 506 ; 742 ; 1080
- [20] Bacteriological Analysis Manual 2001 : Conventional Method for Determining Coliforms and *E. coli*, p 70-73
- [21] Manual of Methods Food Microbiology analysis, 2003, p 14-16







## **Informasi pendukung terkait perumus standar**

### **[1] Komite Teknis perumus SNI**

Komite Teknis 65-06 Produk Agrokimia

### **[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI**

Ketua	: Herry Hadisanjoto
Wakil Ketua	: Muhammad Khayam
Sekretaris	: Tri Ligayanti
Anggota	: Guntur Prasetyo
	Mulyadi Benteng
	Agung Kurniawan
	Retno Yunilawati
	Sularsi
	Hens Saputra
	Ali Nurdin
	Setiadi

### **[3] Konseptor rancangan SNI**

1. Ai Dariah, Kementerian Pertanian
2. Wiwik Hartatik, Kementerian Pertanian

### **[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI**

Direktorat Industri Kimia Hulu  
Direktorat Jenderal Industri Kimia, Tekstil dan Aneka  
Kementerian Perindustrian